

Союз Советских
Социалистических
Республик



Комитет по делам
изобретений и открытий
при Совете Министров
СССР

О П И С А Н И Е ИЗОБРЕТЕНИЯ К АВТОРСКОМУ СВИДЕТЕЛЬСТВУ

251569

Зависимое от авт. свидетельства № —

Заявлено 12.V.1968 (№ 1239242/23-4)

с присоединением заявки № —

Приоритет —

Опубликовано 10.IX.1969. Бюллетень № 28

Дата опубликования описания 20.II.1970

Кл. 12o, 11

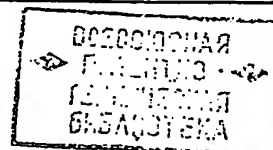
МПК с 07с 69/06

УДК 547.29'21.024.07
(088.8)

Авторы
изобретения

Н. С. Имянитов, Б. Е. Куваев и Д. М. Рудковский

Заявитель



СПОСОБ ПОЛУЧЕНИЯ ЭФИРОВ МУРАВЬИНОЙ КИСЛОТЫ

1

Известен способ получения эфиров муравьиной кислоты при взаимодействии спирта и окиси углерода при температуре 90—110°C и давлении 200 ат в присутствии в качестве катализатора алкоголята натрия. Способ основан на использовании дорогого и взрывоопасного металлического натрия, работы с которым в масштабе крупного промышленного предприятия крайне опасна и вызывает значительные технологические трудности.

Цель изобретения — разработка способа производства эфиров муравьиной кислоты, исключающего применение катализатора, получение которого связано с использованием натрия. Это достигается благодаря тому, что в качестве катализатора взаимодействия спиртов и окиси углерода используют соли, образованные металлами первой группы Периодической системы элементов и слабыми кислотами, например карбонат натрия.

Процесс осуществляют следующим образом.

В реактор загружают спирт и катализатор (безводные соли металлов первой группы Периодической системы элементов и слабых кислот), затем туда же подают окись углерода под давлением 25—200 ат. Включают обогрев и перемешивание. Реакцию ведут при температуре 150—200°C. По окончании реакции продукт выгружают и анализ проводят

2

хроматографически. Продолжительность опытов 2 час. Результаты опытов приведены в таблице.

| Спирт, см ³ | Катализатор, г | Давление окиси углерода при 20°C, ат | Температура, °C | Конверсия спирта в эфир, % |
|------------------------|----------------------------|--------------------------------------|-----------------|----------------------------|
| Метанол 100 | Натрий углекислый 2,1 | 200 | 150 | 10,6 |
| Метанол 100 | Калий углекислый 1,4 | 100 | 200 | 17 |
| Метанол 100* | Калий углекислый 2,8 | 25 | 200 | 5 |
| Метанол 100 | Натрий тетраборнокислый 4 | 150 | 200 | 5 |
| Метанол 100 | Натрий муравьинокислый 2,6 | 150 | 200 | 8,2 |
| Бутанол 100 | Фенолят** натрия 3 | 200 | 150 | 48 |

* Продолжительность опыта 15 мин.

** Получают взаимодействием фенола (слабая кислота) с едким натром.

Предмет изобретения

Способ получения эфиров муравьиной кислоты путем взаимодействия спирта с окисью углерода при повышенной температуре и

давлении до 200 ат в присутствии щелочного катализатора, отличающийся тем, что, с целью упрощения процесса и обеспечения его безопасности, в качестве щелочного катали-

затора используют соли металлов первой группы и слабых солей, например карбонат натрия, и процесс ведут при температуре 150—200°C.

Составитель Т. Лавриненко

Редактор Л. К. Ушакова

Техред З. Н. Тараненко

Корректор Г. П. Шильман

Заказ 113,9

Тираж 480

Подписное

ЦНИИПИ Комитета по делам изобретений и открытий при Совете Министров СССР
Москва Ж-35, Раушская наб., д. 4/5

Типография, пр. Сапунова, 2

BEST AVAILABLE COPY

54 251569

PROCESS FOR PREPARATION OF FORMIATES

Known in the art is a process for preparing formiates in reacting alcohol and carbon monoxide at a temperature comprise between 90 and 110°C and at the pressure of 200 atm. in the presence, as a catalyst, of sodium alcoholate. The process is based on the use of expensive and dangerously explosive metallic Na, operations with which at large industrial enterprises are highly dangerous and create considerable technological difficulties.

An object of invention is to work out a process for the production of formiates that precludes the application of a catalyst whose preparation is connected with the use of Na, which object is achieved owing to that the catalyst used for the interaction of alcohols and carbon monoxide is represented by salts formed by the metals of the Periodic Table of Elements Group I and weak acids, for example sodium carbonate.

The process is conducted in the following manner.

A reactor is loaded with alcohol and a catalyst (the free-of-water metal salts of Group I of the Periodic Table of Elements and weak acids) followed by carbon monoxide being fed therein at a pressure of from 25 to 200 atm. Heating steps and agitation are started. The reaction is conducted at a temperature of from 150 to 200°C. Upon completion of the reaction, the product is unloaded and a chromatographic analysis is carried out. Duration of tests 2 hours. The test results are tabulated.

BEST AVAILABLE COPY

| Alcohol, cm ³ | Catalyst, g | Pressure of carbon monoxide 20°C, atm | t°C | Alcohol to formiate conversion % |
|--------------------------|---------------------|--|-----|---|
| Methanol | Sodium carbonate | 200 | 150 | 10.6 |
| 100 | 2.1 | | | |
| Methanol | Potassium carbonate | 100 | 200 | 17 |
| 100 | 1.4 | | | |
| Methanol | Potassium carbonate | 25 | 200 | 5 |
| 100 ^x | 2.8 | | | |
| Methanol | Sodium tetraborate | 150 | 200 | 5 |
| 100 | 4 | | | |
| Methanol | Sodium formate | 150 | 200 | 8.2 |
| 100 | 2.6 | | | |
| Butanol | Sodium phenolate | 200 | 150 | 48 |
| 100 | 3 | | | |

^x Test duration 15 minutes.

^{xx} Obtained by reacting phenol (weak acid) with sodium hydroxide

x x x

Subject of invention

A process for the preparation of formiates by reacting alcohol and carbon monoxide at elevated temperature and a pressure of up to 200 atm, in the presence of an alkali catalyst, characterized in that to simplify the process and to ensure its safety, the alkali catalyst used is represented by the metal salts of Group I and weak salts, for example sodium carbonate, while the process is carried out at a temperature comprised between 150 and 200°C.